

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 03-140453

(43)Date of publication of application : 14.06.1991

(51)Int.Cl.

C23C 8/10  
B01J 19/08  
H01L 21/316

(21)Application number : 01-281106

(71)Applicant : KOKUSAI ELECTRIC CO LTD

(22)Date of filing : 27.10.1989

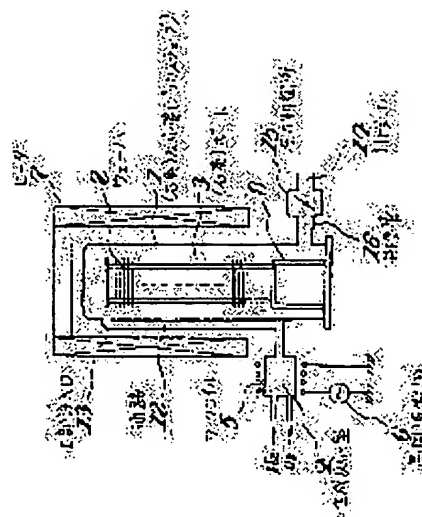
(72)Inventor : ENDO YOSHIHIDE  
NAKAMURA NAOTO

## (54) LOW-PRESSURE OXIDATION DEVICE

### (57)Abstract:

PURPOSE: To eliminate explosion due to the reaction of H<sub>2</sub> with O<sub>2</sub> and to conduct safe and uniform oxidation by keeping the inside of a reaction tube at a low pressure and promoting the H<sub>2</sub>-O<sub>2</sub> reaction outside the reaction tube with plasma.

CONSTITUTION: H<sub>2</sub> and O<sub>2</sub> are introduced into the formation reaction chamber 4 through a mass-flow controller, plasma is produced in the chamber 4 by applying a current to a work coil 5 from a high-frequency power source 6, hence the H<sub>2</sub>-O<sub>2</sub> reaction is promoted, and steam, H<sub>2</sub> and O<sub>2</sub> are generated. The steam is injected into a quartz reaction tube (process tube) from an upper injection port 13 through a passage 12, and the tube 1 is evacuated by a vacuum pump through a pressure control valve 15. Many wafers 2 placed on a quartz boat 3 are oxidized with steam in the low-pressure tube 1. Since the oxidation of the wafer 2 by steam is conducted at the low pressure, explosion due to the H<sub>2</sub>-O<sub>2</sub> reaction is not caused, and the water is safely and uniformly oxidized.



## LEGAL STATUS

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

## ⑫ 公開特許公報(A) 平3-140453

⑬ Int. Cl.<sup>9</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成3年(1991)6月14日

G 23 C 8/10  
B 01 J 19/08  
H 01 L 21/316H 7139-4K  
X 6345-4G  
6940-5F

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全4頁)

⑮ 発明の名称 低圧酸化装置

⑯ 特 願 平1-281106

⑰ 出 願 平1(1989)10月27日

⑱ 発 明 者 遠 藤 好 英 東京都西多摩郡羽村町神明台2-1-1 国際電気株式会社  
社羽村工場内⑲ 発 明 者 中 村 直 人 東京都西多摩郡羽村町神明台2-1-1 国際電気株式会社  
社羽村工場内

⑳ 出 願 人 国際電気株式会社 東京都港区虎ノ門2丁目3番13号

㉑ 代 理 人 弁理士 石 戸 元

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

低圧酸化装置

## 2. 特許請求の範囲

- (1) 水素ガスH<sub>2</sub>と酸素ガスO<sub>2</sub>を反応させて水蒸気を外部で生成し、所要温度下の電気炉中の反応管(1)内に、水蒸気を導入しウェーハ(2)を載置したポート(3)を挿入して当該ウェーハ(2)を酸化させる装置において、反応管(1)内を低圧下に維持すると共に反応管(1)外部に水素ガスH<sub>2</sub>と酸素ガスO<sub>2</sub>の反応をプラズマ化して促進させる生成反応室(4)を設けてなる低圧酸化装置。

- (2) 生成反応室(4)外にワークコイル(5)または半分割円筒電極を設け、これにプラズマ発生用の高周波電源(6)を接続せしめ、当該生成反応室(4)内の圧力を、安定したプラズマが発生する0.1~10Torrの範囲内に設定してなる請求項第1項記載の低圧酸化装置。

## 3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

シリコン半導体デバイス製造プロセスにおいて、シリコンを酸化するプロセスがある。シリコンウェーハの酸化はシリコンウェーハを800~1000℃の電気炉中の石英製反応管内に挿入し、ドライ酸素、または水蒸気を含む酸素を流すことにより達成される。

本発明は、水素ガスH<sub>2</sub>と酸素ガスO<sub>2</sub>を流し、反応させてH<sub>2</sub>Oを生成し、そのH<sub>2</sub>OとO<sub>2</sub>による水蒸気により酸化する低圧酸化装置に関する。

(従来の技術)

第2図は従来装置の一例の構成を示す簡略断面図である。

1は800~1000℃の所要温度下の電気炉中の石英反応管(プロセスチューブ)、2は石英反応管1外に設けられたヒータ、3は多数枚のウェーハ2を載置した石英ポート、4はこのポート2の下部に設けられたキャップ、5は水素ガスH<sub>2</sub>と酸素ガスO<sub>2</sub>を導入して燃焼(反応)させ、水蒸気H<sub>2</sub>Oを生成し過剰O<sub>2</sub>と共に反応管1内に導入する燃焼管、10はこの燃焼管9の外側に設けられた赤外線

## 特開平3-140453 (2)

ランプ、11は当該燃焼管9内に設けたシリコンロッド、12は燃焼管9と反応管1の上部とを連通する通路、13は反応管1の上部に設けられた上部注入口、14は反応管1の下部に設けられた排気口である。

このような従来装置は水素 $H_2$ と酸素 $O_2$ を赤外線ランプ10により燃焼管9内で燃焼させ、 $H_2O$ を生成し、過剰 $O_2$ と共に通路12を通して上部注入口13より反応管1内へ注入し、反応管1内に多数枚のシリコンウェーハ2を載置したポート3を挿入することによりポート3に設置された多数枚のウェーハ2が酸化されることになる。

$H_2$ と $O_2$ の燃焼は第2図示のように燃焼管9内のシリコンロッド11を、赤外線ランプ10により加熱できる構造をもつ燃焼管9内で行われる。

〔発明が解決しようとする課題〕

上記の従来装置にあっては、 $H_2$ と $O_2$ の燃焼を行う燃焼管9と、加熱用の赤外線ランプ10と燃焼管9内のシリコンロッド11よりなる構成であるため、構造が複雑であり、シリコンロッド11が $H_2$ の発火

点で急激に酸素と反応するため、 $O_2$ と $H_2$ の流量比を適当に選定しないと爆発する危険性があるという課題がある。

本発明の目的は、簡単な構造で $H_2$ と $O_2$ を反応させ $H_2O$ を生成し、低圧(0.1～10Torr)下で水蒸気酸化を行うことにより $H_2$ と $O_2$ の反応により爆発するおそれなく安全であり、且つ、酸化の均一性を良くすることができる装置を提供することである。

〔課題を解決するための手段〕

本発明装置は上記の課題を解決し、上記の目的を達成するため、第1図示のように水素ガス $H_2$ と酸素ガス $O_2$ を反応させて水蒸気を外部で生成し、所望温度下の電気炉中の反応管1内に、水蒸気を導入しウェーハ2を載置したポート3を挿入して当該ウェーハ2を酸化させる装置において、反応管1内を低圧下に維持すると共に反応管1外部に水素ガス $H_2$ と酸素ガス $O_2$ の反応をプラズマ化して促進させる生成反応室4を設けてなる構成としたものである。

〔作用〕

このような構成とすることにより水素 $H_2$ と酸素 $O_2$ の反応は生成反応室4内でプラズマ化されて促進され、 $H_2O + O_2$ による水蒸気が生成されて低圧下の反応管1内に注入され、この反応管1内に挿入したポート3に載置されたウェーハ2が水蒸気酸化されることになる。ウェーハ2の水蒸気酸化はこのような低圧下で行われるので、 $H_2$ と $O_2$ の反応による爆発のおそれなく安全であり、かつ酸化の均一性が向上することになる。

〔実施例〕

以下図面により本発明の実施例を説明する。

第1図は本発明装置の一実施例の構成を示す断時面図で、1は800～1000℃の所望温度、例えば900℃±0.5℃下の電気炉中の石英反応管(プロセスチューブ)、7はこの石英反応管1外に設けられ内部を上記所望温度に加熱するヒータ、3は多数枚のウェーハ2を載置した石英ポート、8はこのポート3の下部に設けられたキャップである。石英反応管1内に挿入されたポート3に載置

された多数枚のウェーハ2はヒータ7により所望温度900℃±0.5℃に加熱される。

4は反応管1外部に設けられた生成反応室で、水素ガス $H_2$ と酸素ガス $O_2$ の反応をプラズマ化して促進させる機能を果たす。5はこの生成反応室4の周囲に設けられたワークコイルで、プラズマ発生用の高周波電源6が接続されている。ワークコイル5の代わりに半分割円筒電極を用いてもよい。

12は生成反応室4と反応管1の上部とを連通する通路(細管)、13は反応管1の上部に設けられた上部注入口、15は反応管1内の圧力を制御する圧力制御弁で、反応管1の下部に連結された排気管16に接続されており、排気口14は排気装置、例えば排気ポンプに接続されている。

上記の構成において水素ガス $H_2$ と酸素ガス $O_2$ は生成反応室4内にマスフローコントローラ(図示せず)を介して導入され、この生成反応室4内でワークコイル5に高周波電源6により高周波電界を印加することによりプラズマを発生させて $H_2$ と $O_2$ の反応を促進し、水蒸気 $H_2O + O_2$ を生成させる。

## 特開平3-140453 (3)

この水蒸気は通路12を経て上部注入口13より反応管1内に注入されると共に反応管1内は排気ポンプにより圧力制御弁15を介して排気され、0.1～10 Torrの圧力、例えば5 Torr $\pm$ 3%の圧力に制御される。このような低圧下の反応管1内で、ポート3に設置した多数枚のウェーハ2が水蒸気酸化されることになる。ウェーハ2の水蒸気酸化は低圧下で行われるので、 $H_2$ と $O_2$ の反応による爆発のおそれはなく安全であり、かつ酸化の均一性が向上することになる。

ウェーハ2の酸化の手順はまず酸素ガス $O_2$ を注入し、反応管1内を所定の流量と所定の圧力に制御する。しかる後、生成反応室4内でプラズマを発生させ、水素ガス $H_2$ を注入し零から一定流量まで10～30秒程度の間に徐々に増加して行く。この方法は安定で安全であり、かつ薄い酸化膜生成に対し制御性が極めて良い。

## 【発明の効果】

上述のように本発明によれば、水素ガス $H_2$ と酸素ガス $O_2$ を反応させて水蒸気を外部で生成し、所

要温度下の電気炉中の反応管1内に、水蒸気を導入しウェーハ2を設置したポート3を導入して当該ウェーハ2を酸化させる装置において、反応管1内を低圧下に維持すると共に反応管1外部に水素ガス $H_2$ と酸素ガス $O_2$ の反応をプラズマ化して促進させる生成反応室4を設けてなるので、水素ガス $H_2$ と酸素ガス $O_2$ の反応を生成反応室4内でプラズマ化して促進させ、水蒸気 $H_2O+O_2$ を生成して低圧下の反応管1内に注入することにより低圧下の反応管1内のウェーハ2を水蒸気酸化させることになるため、水素ガス $H_2$ と酸素ガス $O_2$ の反応による爆発のおそれはなく安全になると共にウェーハ2内、ウェーハ2間の酸化膜の均一性が良くなり、また膜厚の制御性も極めて良くなるなどの効果を奏する。

## 4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明装置の一実施例の構成を示す簡略断面図、第2図は従来装置の一例の構成を示す簡略断面図である。

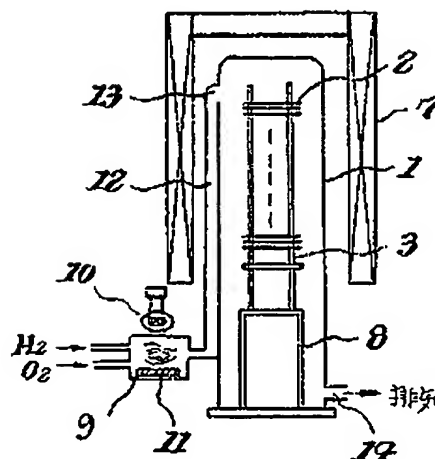
1……(石英)反応管、2……ウェーハ、3……

…(石英)ポート、4……生成反応室、5……ワークコイル、6……高周波電源、7……ヒータ、12……通路、13……上部注入口、14……排気口、15……圧力制御弁、16……排気管。

代理人弁理士 石 戸

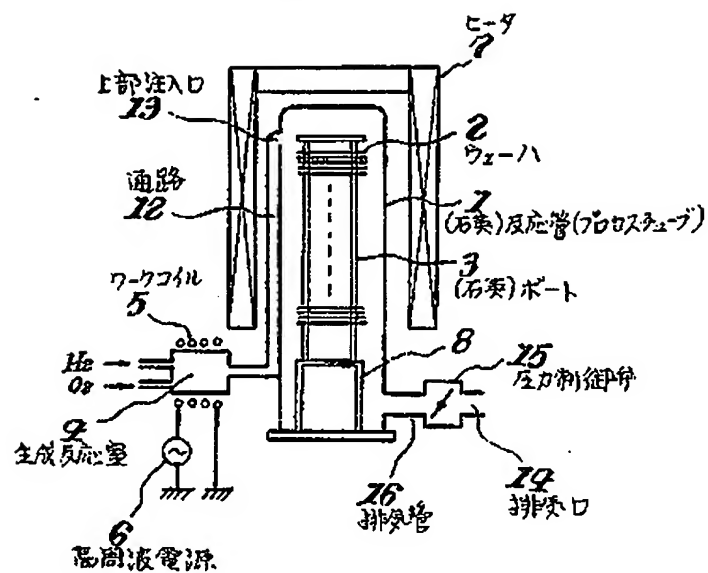


第2図



特開平3-140453(4)

第1図



特開平3-140453

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載

【部門区分】第3部門第4区分

【発行日】平成9年(1997)6月17日

【公開番号】特開平3-140453

【公開日】平成3年(1991)6月14日

【年追号数】公開特許公報3-1405

【出願番号】特願平1-281106

【国際特許分類第6版】

C23C 8/10

B01J 19/08

H01L 21/315

【F I】

C23C 8/10 7454-4K

B01J 19/08 H 9630-4D

H01L 21/315 X 9169-4M

手 続 補 正 書 (自 記)

平成8年10月24日

特許庁長官 宛 井 上 氏 啓

1. 事件の表示

平成1年特許第281106号

2. 発明の名称

圧縮酸化装置

3. 補正をする旨

事件との関係 特許出願人

住 所 東京都中央区新富町三丁目14番10号

名 称 (11) 国際硝化株式会社

4. 代理人

住 所 〒103 東京都中央区山王1丁目1番1号

山王ブローカーズビル310号

Tel. 03 (3115) 5231

氏 名 山王 山王 氏

5. 補正の趣意

明 細 書

6. 補正の内容

(1) 明細書各条の誤り全を補正する。

(訂正) 明 細 書

1. 発明の名称

圧縮酸化装置

2. 発明の要旨

(1) 水素ガスH<sub>2</sub>と酸素ガスO<sub>2</sub>を混合して水素酸を生成し、所定温度下の電解槽中の反応室(1)内に水素酸を導入し、反応室(1)内の水素酸(2)を酸化させる装置において、反応室(1)内に電圧下に保持すると共に反応室(1)内部に水素ガスH<sub>2</sub>と酸素ガスO<sub>2</sub>の混合ガスをプラズマ化して促進させる電圧反応室(4)を設けて電圧酸化装置。

(2) 生成反応室(4)内にワイヤコイル(5)または電圧反応室(4)の内部にプラズマ反応室の電圧反応室(5)を設けし、当該反応室(4)内の圧力を、安定したプラズマが生成する、1〜10 Torrの範囲内に設定して電圧酸化装置。

(3) 反応室(1)は、圧力反応室(15)により一定圧に制御される反応室または2段階の電圧酸化装置。

3. 発明の要旨は特許

【産業上の利用分野】

本発明は、水素ガスH<sub>2</sub>と酸素ガスO<sub>2</sub>を混合し、反応室(1)に導入し、その反応室(1)による水素酸により水素酸を酸化させる電圧酸化装置に関する。

【従来の技術】

シリコン等有機材料のシリコン等において、シリコンを酸化するプロセスがある。シリコンへの酸化は、シリコンウェーハを800〜1000℃の電圧中の石英反応室内に導入し、アレイ基板、または水素酸を含む液を流すことにより達成される。第1図は、従来の一例の構造を示す断面図である。

1は300〜1000℃の石英反応室内の石英反応室(プロセス・ボート)、2は石英反応室1内に設けられたウェーハ、3は多数のウェーハを固定した石英ボート、4はこのウェーハの下に設けられたキャップ、5は水素ガ

[illegible]

【疑問が解決しようとする過程】

また、燃焼管の圧力変動によって反応管内部の圧力が変動し、安定的、均一に反応が供給されるに、反応の安定性が得られないという問題もある。

【湯煎を完了するための手順】

水溶液を置はし上記反応を静置し、上記の目的を達成するため、その溶液中に硫酸の添加、水素ガス、二酸化炭素を添加する。水素ガスを添加して水素気圧を調整し、硫酸添加下の反応室内の反応室内に水素ガスを導入し、反応室内のクレーパを回転させる。反応室内において、反応室内を反応下に維持すると共に反応室内に水素ガスを

また、陰素項22型の実験は、陰素項12型の実験において、生成反応系外にワークコイルまたは平均割肉用電機を掛け、これにプラズマ発生用の高周波電磁波を照射せしめ、当該生成反応系内の圧力を、定常したガラス管が発生する。1～1.1 Torrの範囲内に設定してなる初値としたものであり、

〔作用〕

また、生成反応以外にワークコイルまたは半分割円筒電極を取り、これにプラス電位の高周波電場を印加せしめ、高誘電生成反応の巨電流を、0.1~1V/cmの強電場下に設定することにより、変化したプロセスを発生させることにより、安全で、かつ低化の汚染を抑制することとなる。

**【实验题】**

以下図面により本発明の要部図を説明する。

矢1図1水見明位置の一帯掘削の検討結果を断面図1で、1は300×1000mmの水見明、例え、300mm、50mmの電圧計の石炭炭素(アロエスチューブ)、7はこの石炭炭素1枚に巻かれた内層を上記所定温度に加熱するケーブル、3は形取板のケーブルと巻かれた石炭ポート、10はこのケーブルの下に置かれたキャップである。石炭炭素1枚に挿入されたポート3は熱伝導性により多数のケーブル2はケーブル1により例えば、300mmより、5mmに熱伝導する。

4) 反応管(外部に設けられた生体反応室で、水素ガスH<sub>2</sub>と酸素ガスO<sub>2</sub>の

1 は生産販売店、2 は販売店の入口と手廻りする通路（回廊）、3 は店員用の通路に設けられた上向き入口、4 は反動壁：内の圧力を抑制する圧力弁付で、反動壁の下部に埋め込まれた防振器 16 に制動されており、出入口 4 は粘着装置、例えば磁石ポンプに接続されている。

上記の構成において水素ガスH、水素ガスO、水素反応部A内にプラズマコーンローラー（図4参照）を配置して導入すれば、この水素反応部A内でワーピングセルBに高周波電流により高周波加熱を制御することによりプラズマを発生させることができ、このプラズマを流せば、水素ガスO+H<sub>2</sub>を生成できる。この水素ガスは正極12を母と正極入口3より反応部A内に流入することと正極出口5には排気ダンプにより排気される。3を介して排気される。1よりPort、正極12よりPort 3の位置に設置される。こうして、生成反応部A内の電力も安定したプラズマが発生するに等しい。1よりPortの位置に設置される。

具体的には、ウェーハの酸化の手段にまず酸素ガスを、を投入し、反応室内を所定の温度と所定の圧力に制御する。しかる後、生成反応室内でプラズマを発生させ、水素ガスH<sub>2</sub>を投入し母から一定質量まで1〜5秒秒程度の間、徐々に増加して行く。

こうして、取組みの反応音1内で、ポート3に設置した多量吸のキューベ2が大量処理化されることになる。キューベ2の本来処理化は塩压下で行われるのでR、と0。の反応による塩化の発生はなく安全であり、かつこのように塩压下で、しかも一塩圧に前導する構造により、キューベ2内、キューベ4の設置位置の如何が問われることになる。

また、本薬がX線計を注入し悉く一定時間まで1～30秒毎の間に於てに照射されていくことにより、安全でのつ用い酸化還元剤に対して耐性が強めていく。

【交配の結果】

上述のように本発明のうち請求項1記載の発明によれば、請求項2の、と称す

[illegible]

また、生け置き器内にフックホルダーまたは半分四角筒等を設け、これにプラズマ発生用の電極を容易に挿けしめ、当該生け置き器内の圧力を、 $0.1 \sim 1.0$  Torr の範囲内に設定することにより、安定したプラズマを発生させることができ、更に、かつ酸化の均一性を向上させることができる。

また、圧力割断力により反応値が一定圧に封鎖することにより、ウ、…ハの濃度の均一性がより向上することになる。

#### 4. 國産の塩と食料

場！図は本壱明装置の一応花河の構成を示す初等断面図、第2図は従来の試の一例の構造を示す初等断面図である。

1……(石灰)灰体骨、2……クエーハ、3……在成収功家、3……7-9ニ  
イホ、6……名取沙田四、15……戸力創取主。

代理人 吉田 石 戸

